

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2001年12月 7日

出 願 番 号

Application Number:

特願2001-374556

[ST.10/C]:

[JP2001-374556]

出 願 人

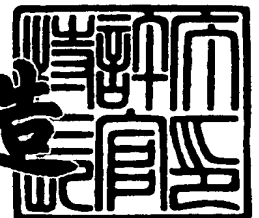
Applicant(s):

花王株式会社

2002年 1月18日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3116571

【書類名】 特許願

【整理番号】 101K0256

【提出日】 平成13年12月 7日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C07C233/36

【発明者】

 【住所又は居所】 和歌山県和歌山市湊 1 3 3 4 花王株式会社研究所内

 【氏名】 井上 勝久

【発明者】

 【住所又は居所】 和歌山県和歌山市湊 1 3 3 4 花王株式会社研究所内

 【氏名】 香春 武史

【発明者】

 【住所又は居所】 和歌山県和歌山市湊 1 3 3 4 花王株式会社研究所内

 【氏名】 加藤 徹

【特許出願人】

 【識別番号】 000000918

 【氏名又は名称】 花王株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100063897

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 古谷 馨

 【電話番号】 03(3663)7808

【選任した代理人】

 【識別番号】 100076680

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 溝部 孝彦

【選任した代理人】

 【識別番号】 100087642

 【弁理士】

【氏名又は名称】 古谷 聡

【選任した代理人】

【識別番号】 100091845

【弁理士】

【氏名又は名称】 持田 信二

【選任した代理人】

【識別番号】 100098408

【弁理士】

【氏名又は名称】 義経 和昌

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010685

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 アミノカルボン酸アミドの製造法

【特許請求の範囲】

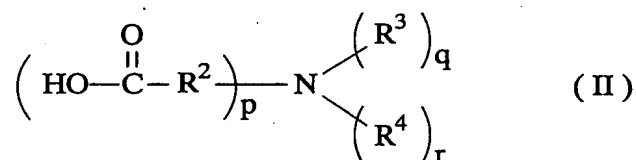
【請求項1】 一般式 (I)



[式中、 R^1 は炭素数8～40の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、或いは式 $R^5O-(AO)_n-C_mH_{2m}-$ (R^5 は炭素数8～40の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、Aは炭素数2～3のアルキレン基、nは平均値で0～30の数、mは2～3の整数、n個のAは同一でも異なってもよい) で表される基を示す。]

で表される第一級アミンと、一般式 (II)

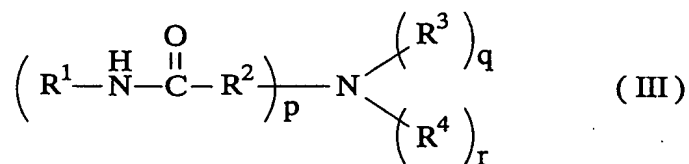
【化1】



[式中、 R^2 は炭素数1～5の直鎖若しくは分岐鎖のアルキレン基、 R^3 は水素原子、炭素数1～24の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基、或いは炭素数6～28のアリール基又はアリールアルキル基、 R^4 は水素原子、炭素数1～5の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基、或いは炭素数6～28のアリール基又はアリールアルキル基を示し、 R^3 と R^4 は単独或いは結合して環を形成してもよい。pは1～3の整数、q及びrは0～2の整数で、 $p+q+r$ は3である。尚、p個の R^1 、 R^2 、q個の R^3 、r個の R^4 は同一でも異なってもよい。]

で表されるアミノカルボン酸を反応させてアミド化を行う、一般式 (III)

【化 2】



[式中、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 p 、 q 及び r は前記と同じ意味を示す。]

で表されるアミノカルボン酸アミドの製造法。

【請求項 2】 R^1 が炭素数 12～24 の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、或いは式 $\text{R}^5\text{O}-(\text{AO})_n-\text{C}_m\text{H}_{2m}-$ (R^5 は炭素数 12～24 の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、 A 、 n 及び m は前記の意味を示す) で表される基、 R^2 が炭素数 1～3 の直鎖アルキレン基、 R^3 及び R^4 が炭素数 1～3 の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はヒドロキシアルキル基、或いは炭素数 6～10 のアリール基又はアリールアルキル基 (R^3 と R^4 は単独或いは結合して環を形成してもよい)、 p が 1 又は 2、 q 及び r が 0 又は 1 である請求項 1 記載の製造法。

【請求項 3】 一般式 (I) で表される第一級アミン 1 当量に対し、0.5～3 当量の一般式 (II) で表されるアミノカルボン酸を用いて、120～250℃の温度でアミド化反応を行う請求項 1 又は 2 記載の製造法。

【請求項 4】 一般式 (II) で表されるアミノカルボン酸が、該アミノカルボン酸のアルカリ金属塩に酸を添加することにより得られるものである、請求項 1～3 のいずれかに記載の製造法。

【請求項 5】 アミド化後に水洗又は固液分離を行う、請求項 1～4 のいずれかに記載の製造法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、繊維に対して優れた柔軟性を示し、毛髪に対しては優れた柔軟性と平滑性を付与でき、さらに生分解性や魚毒性、藻類毒性等の環境安全性が良好な界面活性剤又はその中間体として有用なアミノカルボン酸アミドの高選択的な製

造法に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】

アミノカルボン酸アミドの合成例としては、特開昭55-143944やWO 98/03472にアミノカルボン酸エステルとアミンを反応させる方法、アミンとハロカルボン酸アミドを反応させる方法等が記載されている。しかし、アミノカルボン酸エステルやハロカルボン酸アミドを用いる方法は、これら原料及びアミノカルボン酸アミドを合成する際に多量の反応溶媒が必要であったり、反応の選択性が低い等の問題があり、容易に製造することが困難であった。

【0003】

本発明の課題は、繊維に対して優れた柔軟性を示し、毛髪に対しては優れた柔軟性と平滑性を付与でき、さらに生分解性や魚毒性、藻類毒性等の環境安全性が良好な界面活性剤又はその中間体として有用なアミノカルボン酸アミドの、高選択的且つ高収率で複雑な精製操作もすることなく、経済性の高い製造法を提供することである。

【0004】

【課題を解決するための手段】

本発明は、一般式 (I)

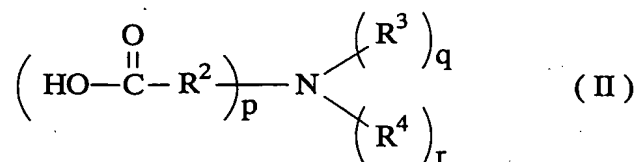


[式中、 R^1 は炭素数8～40の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、或いは式 $R^5O-(AO)_n-C_mH_{2m}-$ (R^5 は炭素数8～40の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、Aは炭素数2～3のアルキレン基、nは平均値で0～30の数、mは2～3の整数、n個のAは同一でも異なってもよい) で表される基を示す。]

で表される第一級アミン (以下第一級アミン (I) という) と、一般式 (II)

【0005】

【化3】



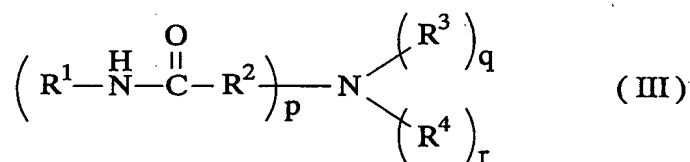
【0006】

[式中、 R^2 は炭素数1～5の直鎖若しくは分岐鎖のアルキレン基、 R^3 は水素原子、炭素数1～24の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基、或いは炭素数6～28のアリール基又はアリールアルキル基、 R^4 は水素原子、炭素数1～5の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基、或いは炭素数6～28のアリール基又はアリールアルキル基を示し、 R^3 と R^4 は単独或いは結合して環を形成してもよい。 p は1～3の整数、 q 及び r は0～2の整数で、 $p+q+r$ は3である。尚、 p 個の R^1 、 R^2 、 q 個の R^3 、 r 個の R^4 は同一でも異なってもよい。]

で表されるアミノカルボン酸（以下アミノカルボン酸(II)という）を反応させてアミド化を行う、一般式 (III)

【0007】

【化4】



【0008】

[式中、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 p 、 q 及び r は前記と同じ意味を示す。]

で表されるアミノカルボン酸アミド（以下アミノカルボン酸アミド(III)という）の製造法を提供する。

【0009】

【発明の実施の形態】

第一級アミン (I) において、 R^1 は炭素数10～28の直鎖若しくは分岐鎖

のアルキル基又はアルケニル基、或いは式 $R^5O-(AO)_n-C_mH_{2m}-$ で表される基で、 R^5 が炭素数 10～28 の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、 A 、 n 及び m が前記と同じ意味を示す基が好ましく、更に炭素数 12～24 の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、或いは式 $R^5O-(AO)_n-C_mH_{2m}-$ で表される基で、 R^5 が炭素数 12～24 の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、 A 、 n 及び m が前記と同じ意味を示す基が好ましく、特に炭素数 12～24 の直鎖アルキル基、或いは式 $R^5O-(AO)_n-C_mH_{2m}-$ で表される基で、 R^5 が炭素数 12～24 の直鎖アルキル基、 A 、 n 及び m が前記と同じ意味を示す基が好ましい。前記の n は、いずれも 0～20 が好ましく、5 以下が更に好ましい。

【0010】

第一級アミン (I) としては、ドデシルアミン、テトラデシルアミン、ヘキサデシルアミン、オクタデシルアミン、エイコシルアミン、ドコシルアミン、テトラコシルアミン、オクタデセニルアミン、ドコセニルアミン等のアルキル又はアルケニルアミン、また、ドデカノール、テトラデカノール、ヘキサデカノール、オクタデカノール、エイコサノール、ドコサノール、テトラコサノール等の長鎖アルコールやこれらのエチレンオキサイド付加物及び／又はプロピレンオキサイド付加物にアクリロニトリルを用いてシアノエチル化し、次いで触媒を用いて水素添加して得られたもの、又は前記の長鎖アルコールへのエチレンオキサイド付加物及び／又はプロピレンオキサイド付加物の末端水酸基をハロゲン化し、次いでアンモニアと反応させて得られる N -アルキルポリオキシエチレンアミン、 N -アルキルポリオキシプロピレンアミン等が挙げられる。

【0011】

アミノカルボン酸 (II) において、 R^2 は炭素数 1～3 の直鎖若しくは分岐鎖のアルキレン基が好ましく、炭素数 1～3 の直鎖アルキレン基がより好ましく、メチレン基が特に好ましい。 R^3 は炭素数 1～22 の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基、或いは炭素数 6～28 のアリール基又はアリールアルキル基が好ましく、炭素数 1～3 の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はヒドロキシアルキル基、或いは炭素数 6～10 のアリール基又は

アリールアルキル基がより好ましい。R⁴は炭素数1～5の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基、或いは炭素数6～28のアリール基又はアリールアルキル基が好ましく、炭素数1～3の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はヒドロキシアルキル基、フェニル基或いはベンジル基がより好ましい。R³とR⁴が結合して環を形成する場合には、R³とR⁴の総炭素数4～28が好ましく、4～10が更に好ましく、5員環又は6員環が特に好ましい。pは1又は2の整数が好ましい。q及びrは0又は1が好ましく、特に第3級アミンが好ましい。

【0012】

アミノカルボン酸(II)としては、N, N-ジメチルグリシン、3-(ジメチルアミノ)プロピオン酸、4-(ジメチルアミノ)ブタン酸、N, N-ジエチルグリシン、3-(ジエチルアミノ)プロピオン酸、4-(ジエチルアミノ)ブタン酸、N-(2-ヒドロキシエチル)-N-メチルグリシン、3-(N-(2-ヒドロキシエチル)-N-メチルアミノ)プロピオン酸、N, N-ビス(2-ヒドロキシエチル)グリシン、メチルイミノジ酢酸、エチルイミノジ酢酸、ニトリロトリ酢酸、ピロリジニル酢酸、N-メチル-N-フェニルアミノ酢酸、N-メチル-N-トリルアミノ酢酸等が挙げられる。

【0013】

アミノカルボン酸(II)は、どのような方法で製造しても良い。例えば、ハロカルボン酸とアミンを、NaOHやKOH等のアルカリ金属の水酸化物の存在下、必要に応じて水等の溶媒を用いて反応する方法、特定のアミノカルボン酸については、ホルマリン等のアルデヒド化合物とシアン化ナトリウム等とアミンを用いてストレッカー反応させる方法、アミノアルコールを酸化触媒と酸化剤を使用して酸化する方法等により、対応するアミノカルボン酸またはそのアルカリ金属塩が得られる。アミノカルボン酸アルカリ金属塩は、硫酸、塩酸、リン酸等の酸で中和し、必要に応じて溶媒を留去して、析出する無機塩等を除去または低減することによりアミノカルボン酸が得られる。

【0014】

本発明の製造法では、アミノカルボン酸(II)中に無機塩を全く含有しないもの

と無機塩を含有するもののアミド化における反応性や選択性にはほとんど影響は見られない。即ち、どちらでも使用できるが、アミノカルボン酸(II)中に無機塩を全く含有しないものを得るには高価な設備や煩雑な操作が必要であり、経済性等の観点から無機塩を含むアミノカルボン酸(II)を原料に使用し、アミド化後に未反応の原料と同時に除去することができる。また、アミノカルボン酸(II)のアルカリ金属塩を上記の酸で中和し、そのままアミド化反応を行い、反応終了後に無機塩を除去することもできる。

【0015】

本発明のアミド化に際しては、第一級アミン(I) 1当量に対し、アミノカルボン酸(II)を、好ましくは0.5～3当量、更に好ましくは0.9～1.5当量反応させる。

【0016】

アミド化の反応温度は、120～250℃が好ましく、140～230℃がより好ましい。反応時間は、1～30時間が好ましく、3～20時間がより好ましい。

【0017】

また、アミド化時の色相悪化を抑制するために、必要に応じてアミノカルボン酸(II)や第一級アミン(I)を水素化硼素ナトリウム等で還元処理したり、アミド化中に窒素等の不活性ガスまたは蒸気等の置換や導入等を行うことができる。

【0018】

さらに、未反応のアミノカルボン酸(II)、無機塩等の不純物を除去する目的で、アミド化後に水洗、又は固液分離を行うことが好ましい。水洗の場合の水量はアミド化物に対して5～300重量%が好ましく、10～150重量%がより好ましい。水洗の温度はアミド化物の融点以上、好ましくは50～95℃、水洗回数は1～3回程度が好ましい。分層、分離後に脱水することで残留した水分を除くことができる。固液分離の場合は、フィルタープレス濾過器やヌッチェ型濾過器、遠心分離器等の既知の方法で行うことができる。

【0019】

また、得られるアミノカルボン酸アミド(III)の匂いを低減させるために、ス

チーミング等の脱臭操作を行うことができる。

【0020】

【実施例】

例中の％は、特記しない限り重量％である。

【0021】

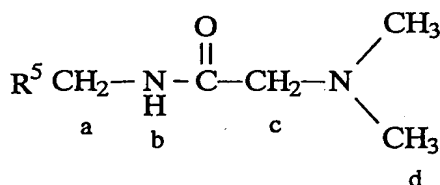
実施例 1

攪拌機、温度計、脱水管、窒素導入管を具備した4つ口フラスコに、N，N－ジメチルグリシン 134.1 g とニッサンアミンVBS（日本油脂（株）製のアルキル1級アミン）325.6 g を入れ、温度200℃で窒素を導入しながら反応水を留去し、6時間反応させた。その後、80℃まで冷却してから水102.7 g を入れ、80℃で30分間攪拌、分層し、水層を廃棄した。この水洗操作を2回行い、未反応のN，N－ジメチルグリシン等を除去した。その後、温度80℃、真空度3.9 kPa、1時間で脱水した。次に、180℃、真空度1.3 kPa で蒸気8.2 g を2時間で導入して脱臭を行い、目的の淡黄色固体であるアミノカルボン酸アミド402.5 g を得た。

^1H -NMRスペクトル、IRスペクトル、ガスクロマトグラフィー、原子吸光分析等から以下の構造と組成を確認した。

【0022】

【化5】



【0023】

^1H -NMRスペクトル（ CDCl_3 、内部標準TMS）

a 3.27 ppm (q, 2H)

b 7.13 ppm (1H)

c 2.93 ppm (s, 2H)

d 2.26 ppm (s, 6H)

・ IR スペクトル (KBr 錠剤)

1648 cm⁻¹, 1525 cm⁻¹

・ 純度 98.6%

(その他; 第一級アミン 0.1%, ジメチルグリシン 0.1%)

・ R⁵CH₂- で表されるアルキル基の組成

C₁₈H₃₇/C₂₀H₄₁/C₂₂H₄₅/C₂₄H₄₉ = 4%/12%/82%/2%

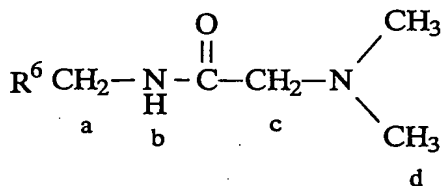
実施例 2

実施例 1 と同様の 4 つ口フラスコに、N, N-ジメチルグリシンカリウム塩の 50% 水溶液 163.1 g を入れ 98% 硫酸 28.9 g で中和した。このものの pH は 6.1 であった。次に、120~130℃ で窒素を吹き込みながら 70% まで濃縮した後、ファーミン 80 (花王 (株) 製のアルキル 1 級アミン) 147.0 g を入れ温度 180℃ で窒素を導入しながら反応水を留去し、8 時間反応させた。その後、80℃ まで冷却してから、ヌッチェ型濾過器で未反応の N, N-ジメチルグリシン及び硫酸カリウム等を除去し、目的の淡黄色固体であるアミノカルボン酸アミド 173.8 g を得た。

¹H-NMR スペクトル、IR スペクトル、ガスクロマトグラフィー、原子吸光分析等から以下の構造と組成を確認した。

【0024】

【化 6】



【0025】

・ ¹H-NMR スペクトル (CDCl₃, 内部標準 TMS)

a 3.26 ppm (q, 2H)

b 7.15 ppm (1H)

c 2.93 ppm (s, 2H)

d 2.27 ppm (s, 6H)

・ IR スペクトル (KBr 錠剤)

1649 cm^{-1} 、1525 cm^{-1}

・ 純度 97.2%

(その他; 第一級アミン 1.1%、ジメチルグリシン 0.2%、硫酸カリウム 0.1%以下)

・ R^6CH_2- で表されるアルキル基の組成

$\text{C}_{16}\text{H}_{33}/\text{C}_{17}\text{H}_{35}/\text{C}_{18}\text{H}_{37}/\text{C}_{19}\text{H}_{39}/\text{C}_{20}\text{H}_{41} = 4\%/1\%/93.5\%/0.5\%/1\%$

実施例 3

攪拌機、温度計、冷却管を具備した 4 つ口フラスコに、N, N-ジメチルグリシンカリウム塩の 50% 水溶液 282.4 g を入れ 98% 硫酸を pH 5.7 になるまで加えた後、25℃まで冷却し析出した硫酸カリウムを除き、硫酸カリウム 2.7% を含有する 41.1% N, N-ジメチルグリシン水溶液 188.3 g を得た。

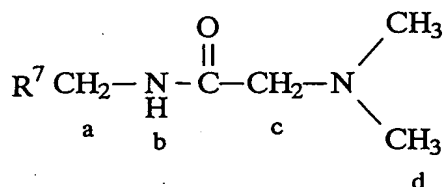
【0026】

次に、上記で得た硫酸カリウム 2.7% を含有する 41.1% N, N-ジメチルグリシン水溶液 151.8 g とファーミン 80 (花王 (株) 製のアルキル 1 級アミン) 147.0 g を入れ、温度 180℃ で窒素を導入しながら反応水を留去し、8 時間反応させた。その後、70℃まで冷却してから水 97.0 g を入れ、70℃で 30 分間攪拌、分層の水洗操作を行い、未反応の N, N-ジメチルグリシン及び硫酸カリウム等を除去し、さらに 80℃、真空度 3.9 kPa、1 時間で脱水することにより、目的の淡黄色固体であるアミノカルボン酸アミド 191.1 g を得た。

^1H -NMR スペクトル、IR スペクトル、ガスクロマトグラフィー、原子吸光分析等から以下の構造と組成を確認した。

【0027】

【化 7】



【0028】

・ ^1H -NMRスペクトル (CDCl₃, 内部標準TMS)

a 3.27 ppm (q, 2H)

b 7.23 ppm (1H)

c 2.94 ppm (s, 2H)

d 2.27 ppm (s, 6H)

・ IRスペクトル (KBr錠剤)

1649 cm⁻¹, 1526 cm⁻¹

・ 純度 97.8%

(その他; 第一級アミン0.4%, ジメチルグリシン0.1%, 硫酸カリウム0.1%以下)

・ R⁷CH₂-で表されるアルキル基の組成

C₁₆H₃₃/C₁₇H₃₅/C₁₈H₃₇/C₁₉H₃₉/C₂₀H₄₁ = 4.5%/2.1%/92.0%/0.5%/0.9%

実施例 4

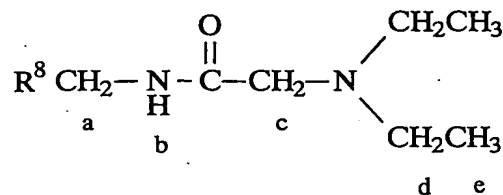
実施例1と同様の4つ口フラスコに、N, N-ジエチルグリシンナトリウム塩168.5gと水800.0gを入れ、36%塩酸水溶液111.4gで中和した。このもののpHは6.5であった。次に、110℃で窒素を吹き込みながら70%まで濃縮した後、ファーマン80（花王（株）製アルキル1級アミン）267.6gを入れ、170℃の温度で窒素を導入しながら反応水を留去し、12時間反応させた。その後、80℃まで冷却してから水380gを入れ、80℃で30分間攪拌、分層の水洗操作を2回行い、未反応のN, N-ジエチルグリシン及び塩化ナトリウム等を除去し、さらに80℃、真空度3.9kPa、1時間で脱水することにより、目的の淡黄色固体であるアミノカルボン酸アミド369.

3 g を得た。

^1H -NMR スペクトル、IR スペクトル、ガスクロマトグラフィー、原子吸光分析等から以下の構造と組成を確認した。

【0029】

【化8】



【0030】

・ ^1H -NMR スペクトル (CDCl₃、内部標準 TMS)

a 3.25 ppm (q, 2H)

b 7.41 ppm (1H)

c 3.01 ppm (s, 2H)

d 2.54 ppm (q, 4H)

e 1.03 ppm (q, 6H)

・ IR スペクトル (KBr 錠剤)

1649 cm⁻¹、1525 cm⁻¹

・ 純度 97.9%

(その他; 第一級アミン 0.6%、ジメチルグリシン 0.2%、塩化ナトリウム 0.1%)

・ R⁸CH₂- で表されるアルキル基の組成

C₁₆H₃₃/C₁₇H₃₅/C₁₈H₃₇/C₁₉H₃₉/C₂₀H₄₁ = 5.2%/2.3%/91.3%/0.3%/0.9%

実施例 5

攪拌機、温度計を具備したオートクレーブに、オクタデカノール 270.5 g と水酸化カリウム 0.1 g を入れ、温度 120℃、真空度 2.6 kPa で 1 時間の脱水を行った後、60℃の温度まで冷却してアクリロニトリル 58.4 g を 1 時間かけて導入し、1 時間保持して反応を完結させた。次に、ラネーニッケル 1

9 g と水酸化ナトリウム 0.3 g、イオン交換水 16.1 g を入れ、130℃ の温度で水素化還元反応を 3 時間で行った後、濾過して触媒を除去した。さらに、蒸留精製して対応する 3-オクタデシルオキシプロピルアミン 294.3 g を得た。

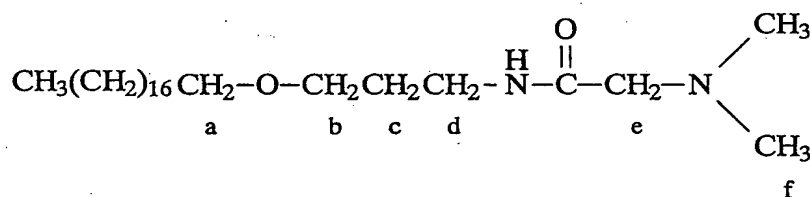
【0031】

次に、攪拌機、温度計、脱水管、窒素導入管を具備した 4 つ口フラスコに、3-オクタデシルオキシプロピルアミン 262.1 g と実施例 3 と同様にして得た硫酸カリウム 2.7% を含有する 41.1% N, N-ジメチルグリシン水溶液 220.8 g を仕込み、190℃ まで昇温した。生成する水を留去しながらそのままの温度で 7 時間反応させた後、80℃ まで冷却してからヌッチェ型濾過器で未反応の N, N-ジメチルグリシン及び硫酸カリウム等を除去し、目的の淡黄色固体であるアミノカルボン酸アミド 316.9 g を得た。

^1H -NMR スペクトル、IR スペクトル、ガスクロマトグラフィー、原子吸光分析等から以下の構造と組成を確認した。

【0032】

【化 9】



【0033】

^1H -NMR スペクトル (CDCl_3 、内部標準 TMS)

- a 3.40 ppm (t, 2H)
- b 3.48 ppm (t, 2H)
- c 1.78 ppm (m, 2H)
- d 3.38 ppm (m, 2H)
- e 2.94 ppm (s, 2H)
- f 2.28 ppm (s, 6H)

・ I R スペクトル (K B r 錠剤)

1655 cm^{-1} 、 1529 cm^{-1} 、 1122 cm^{-1}

・ 純度 95.3%

(その他; $\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{-OH}$ 2.7%、 $\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{-O-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-NH}_2$ 0.8%、ジメチルグリシン 0.1%、硫酸カリウム 0.1%以下)

比較例 1

実施例 1 と同様の 4 つ口フラスコに、ニッサンアミン V B S (日本油脂 (株) 製のアルキル 1 級アミン) 325.6 g と、溶媒のメタノール 1000 g、触媒として 28% ナトリウムメチラートのメタノール溶液 9.6 g を入れ、30~40℃ の温度に保ちながらクロロ酢酸メチルエステル 113.9 g を 1 時間で滴下した後、6 時間反応させ、2-クロロアセトアミド反応物を得た。次にジメチルアミン 120.2 g を 50~60℃ の温度に保ちながら 3 時間で導入した後、3 時間反応させ、48% 水酸化ナトリウム 83.3 g を加えた。その後、溶媒のメタノールを 80℃ で留去し、水 443 g を入れ、80℃ で 30 分間攪拌、分層し、水層を廃棄した。この水洗操作を 2 回行った後、温度 80℃、真空度 3.9 kPa、1 時間で脱水した。次に、180℃、真空度 1.3 kPa で蒸気 8.2 g を 2 時間で導入して脱臭を行い、淡褐色固体であるアミノカルボン酸アミド 390.3 g を得た。

$^1\text{H-NMR}$ スペクトル、I R スペクトル、ガスクロマトグラフィー、原子吸光分析等から、実施例 1 と同様のアミノカルボン酸アミドの構造を有し、 R^5CH_2 で表されるアルキル基の組成も同一であることを確認した。純度は 82% であった。

【0034】

この方法は、多量の反応溶媒が必要であり、製造コストが高価なものである。また、反応の選択率が低く、高純度のものを得ようとすれば有機溶媒を使用した晶析等の精製操作が必要であり収率も低くなる。

【書類名】 要約書

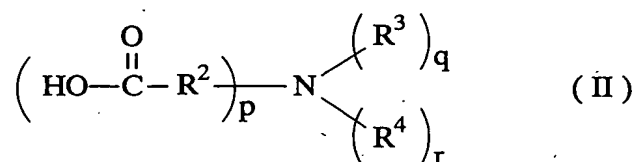
【要約】

【課題】 アミノカルボン酸アミドの、高選択的且つ経済性の高い製造法の提供。

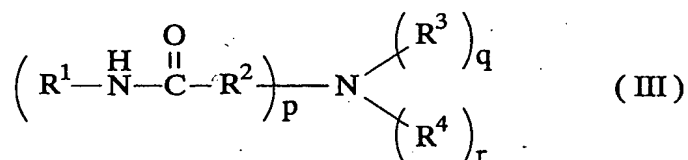
【解決手段】 第一級アミン (I) と、アミノカルボン酸(II)を反応させてアミド化を行う、アミノカルボン酸アミド(III)の製造法。



【化1】



【化2】



[式中、 R^1 は C_{8-40} のアルキル基、或いは式 $R^5O-(AO)_n-C_mH_{2m}-(R^5$ は C_{8-40} のアルキル基等、 A は C_{2-3} のアルキレン基、 n は0～30の数、 m は2～3の整数)で表される基等、 R^2 は C_{1-5} のアルキレン基、 R^3 はH、 C_{1-24} のアルキル基等、 R^4 はH、 C_{1-5} のアルキル基等、 p は1～3の整数、 q 及び r は0～2の整数で、 $p+q+r$ は3である。]

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000000918]

1. 変更年月日 1990年 8月24日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

氏 名 花王株式会社